

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-062262

(43)Date of publication of application : 07.03.1995

(51)Int.Cl.

C09C 1/64

C09C 1/64

C09C 1/64

(21)Application number : 05-237424

(71)Applicant : PENTEL KK

(22)Date of filing : 30.08.1993

(72)Inventor : TAKAKURA TOSHIHIRO  
NAKAYAMA TSURUO

## (54) COLORED ALUMINUM POWDER AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain colored aluminum powder having abundant color tones and excellent solvent resistance using an easily controllable process by successively forming an oxide coloring film layer and a covering layer composed of a silicon oxide film on the surface of Al powder using respective specific methods.

CONSTITUTION: This colored aluminum powder having an oxide coloring film layer formed on the surface of aluminum powder and covered with a film of SiO<sub>2</sub> formed by the hydrolysis and polycondensation reaction of a silicon alkoxide is produced by immersing aluminum powder in boiling water adjusted to a weakly alkaline state, adjusting the pH generally to 7.5-11 with an amine compound such as trimethanolamine, coloring the oxide film formed on the surface of the aluminum powder with a dye for the film, immersing the powder subjected to the above treatments in a silicon alkoxide solution and drying and heat-treating the immersed powder. The silicon alkoxide solution is preferably produced by adding a solvent such as methanol, water for hydrolysis and a catalyst such as hydrochloric acid to a metal alkoxide such as tetraethoxysilane.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-62262

(43) 公開日 平成7年(1995)3月7日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 C 1/64	P B L			
	P B M			
	P B N			

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 3 頁)

(21) 出願番号	特願平5-237424	(71) 出願人	000005511 べんてる株式会社 東京都中央区日本橋小網町7番2号
(22) 出願日	平成5年(1993)8月30日	(72) 発明者	高橋 俊浩 埼玉県草加市吉町4-1-8 べんてる株式会社草加工場内
		(72) 発明者	中山 鶴雄 埼玉県草加市吉町4-1-8 べんてる株式会社草加工場内

(54) 【発明の名称】 着色アルミニウム粉体及びその製造方法

(57) 【要約】

のである。

【目的】 色調が豊富であり、耐溶剤性に優れ、工程管理が比較的容易な着色アルミニウム粉体及びその製造方法を提供すること。

【構成】 アルミニウム粉体の表面に酸化皮膜の着色層を有し、該着色層の表面に酸化ケイ素の皮膜による被覆層を有する着色アルミニウム粉体。アルミニウム粉体を弱アルカリに浸漬し表面に酸化皮膜を形成した後、該酸化皮膜を染料にて着色し、その後該アルミニウム粉末をケイ素のアルコキシド溶液に浸漬し、乾燥し、熱処理することにより、着色したアルミニウム粉体の表面をケイ素のアルコキシドの加水分解及び重縮合反応生成物である皮膜によって被覆した着色アルミニウム粉体の製造方法。

【効果】 着色されたアルミニウム粉末は金属光沢を有し、酸性染料の種類を選択することで多くの色調が簡単に得られ、又、工程管理が比較的容易であり、更に、SiO<sub>2</sub>といった安定した物質により被覆されているため、耐溶剤性に優れているものである。その結果、塗料、インク等の着色材として安定したものが得られるも

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アルミニウム粉体の表面に酸化皮膜の着色層を有し、該着色層の表面に酸化ケイ素の皮膜による被覆層を有する着色アルミニウム粉体。

【請求項 2】 アルミニウム粉体を弱アルカリに浸漬し表面に酸化皮膜を形成した後、該酸化皮膜を染料にて着色し、その後該アルミニウム粉末をケイ素のアルコキシド溶液に浸漬し、乾燥し、熱処理することにより、着色したアルミニウム粉体の表面をケイ素のアルコキシドの加水分解及び重縮合反応生成物である皮膜によって被覆した着色アルミニウム粉体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、塗料、インキ等の着色材として用いて好適な着色アルミニウム粉体及びその製造方法、より詳細には、色調が豊富であり、耐溶剤性に優れ、工程管理が比較的容易な着色アルミニウム粉体及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来より金属光沢を有する塗料、インキ等の着色材としては、金属粉末や、有機顔料及び無機顔料が使用されている。この場合、着色材は、一般に 2 種あるいはそれ以上のものが使用されるため、配合の微妙な調整により色調及び光沢に変化が生じてしまうという問題があった。そこで上記問題点を解決する方法としては、金属光沢と着色力を併せもつ以下に例示するような着色材が提案されている。第 1 の方法は、リン片状の真鍮粉を使用し金色を得る方法がある。第 2 の方法は、特公昭 53-4004 号に開示されているように、アルミニウム粉体を金属塩とキレート能を有する有機化合物とを含む弱アルカリ溶液に浸漬することにより着色アルミニウム粉体を得る方法である。第 3 の方法は、特開平 1-110568 号開示されているように、アルミニウム粉体の表面にチタン及びジルコニウムのアルコキシドの加水分解により得られる酸化物の皮膜を生成し、その光の干渉を利用し、着色アルミニウム粉体を得る方法である。第 4 の方法は、銀色を得るためにアルミニウム粉を直接使用する方法である。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】第 1 の方法は、高価な真鍮粉を使用すること、人体に有害であること等からその適用範囲に制限があり、且つ、変色や光沢劣化が生じ易い等といった問題がある。第 2 の方法は、安全性が高く、且つ、安価な材料を使用するものの、アルカリ処理液の調整及び処理方法が難しく、処理液がゲル化してしまうといった問題がある。第 3 の方法は、安全性は問題ないものの、チタン及びジルコニウムのアルコキシドを使用するため非常に高価となり、又、反応スピードが速く膜厚の制御が困難であるといった問題がある。第 4 の方法は、塗料及びインキ等に使用する溶媒の種類によ

2

てはアルミニウム粉の腐食がおき、長期の保存ができないといった問題がある。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】そこで本発明の目的は、色調が豊富であり、耐溶剤性に優れ、工程管理が比較的容易な着色アルミニウム粉体及びその製造方法を提供することで、アルミニウム粉体の表面に酸化皮膜の着色層を有し、該着色層の表面に酸化ケイ素の皮膜による被覆層を有する着色アルミニウム粉体を第 1 の要旨とし、アルミニウム粉体を弱アルカリに浸漬し表面に酸化皮膜を形成した後、該酸化皮膜を染料にて着色し、その後該アルミニウム粉末をケイ素のアルコキシド溶液に浸漬し、乾燥し、熱処理することにより、着色したアルミニウム粉体の表面をケイ素のアルコキシドの加水分解及び重縮合反応生成物である皮膜によって被覆した着色アルミニウム粉体の製造方法を第 2 の要旨とするものである。

【0005】本発明に用いるアルミニウム粉体は、リン片状、球状、中空状、無定形状、繊維状などその形状は種々使用できるが、塗料、インキの着色材としての用途、即ち金属光沢性を考慮すれば表面が平滑でありリン片状のものが特に好ましい。

【0006】最初にアルミニウム粉体の表面には、酸化皮膜を形成するが、酸化皮膜の形成方法としては、一般にベーマイト処理といわれているもので、即ち、アルミニウム粉体をモノ（ジ、トリ）メタノールアミン、モノ（ジ、トリ）エタノールアミン、ヘキサメチレンジアミン等の脂肪族アミン化合物、フェニルアミン、フェニルジアミン等の芳香族アミン化合物などを少量添加し、必要に応じ水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ土類金属の水酸化物、炭酸塩、アミン類、アンモニア等の pH 調整剤を加え pH 7.5~11（弱アルカリ）に調整した沸騰水に浸漬処理することにより行う。酸化皮膜の膜厚は適宜であるが、一般には 0.05~1 μm 程度がよい。

【0007】次に、アルミニウム粉体の表面に形成した酸化皮膜を染料により着色し、酸化皮膜の着色層を形成するが、その形成方法としては、予め各種媒染染料、酸性媒染染料を含んだ 70℃ に熱してある水溶液に一定時間浸漬した後分離することでアルミニウムを着色する。この酸化皮膜の着色に使用する媒染染料、酸性媒染染料をカラーインデックスナンバーにより例示すれば、イエローとして 14025、14095、14130、22880、18710、14080 等が、オレンジとして 14030、18940、26520、18744、18730 等が、レッドとして 58005、18760、16105、58000、45305、18750、18735、17995、17075、45180、19360 等が、バイオレットとして 43565、15670、14750 等が、ブルーとして 43830、17940、58805、16680、4382

3

5、17250、43855、62120等が、グリーンとして20440、26925、17225等が、ブラウンとして20110、14870、19600、13250、17590等が、ブラックとして15710、14640、16505、16500、14645、63615、15705、16510、18170等が挙げられる。

【0008】更に、表面に酸化皮膜の着色層を有するアルミニウム粉体の着色層の表面には、酸化ケイ素の皮膜による被覆層を形成するが、その具体的方法について以下に述べる。

【0009】酸化ケイ素の皮膜による被覆層の形成は、着色層の表面に、 $\text{SiO}_2$ のコーティング膜を形成するものであるが、この $\text{SiO}_2$ のコーティング膜の形成方法は、ゾルーゲル法にて行なう。ゾルーゲル法の原理は、金属の有機、無機化合物の溶液から出発し、溶液中での化合物の加水分解、重縮合によって溶液を金属酸化物または水酸化物の微粒子が溶解したゲルとし、更に反応を進行させゲル体とし、このゲル体を乾燥し加熱するとゲル体が成長し多結晶物が最終的に生成されるようにしたものであり、本原理は石英ガラスの製造に用いられている。

【0010】酸化ケイ素の皮膜による被覆層の形成は、前記ゾルーゲル法の原理を利用したものであり、具体的には、以下の手順によってコーティング膜を形成する。金属として $\text{Si}$ を用いた金属アルコキシドであるテトラエトキシシラン( $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ )、テトラメトキシシラン( $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ )等に溶媒(メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等)を添加して混合液を作製し、これに加水分解に必要な水、触媒として塩酸及びアンモニアを加えゾル液を作る。次に、ゾル液に酸化皮膜の着色層を有するアルミニウム粉体を浸漬し、分離乾燥後、熱処理することにより、アルコキシドの加水分解と重縮合反応(反応温度は室温 $\sim$ 80 $^{\circ}\text{C}$ 程度)が行われ、 $\text{SiO}_2$ 粒子(ゲル)が酸化皮膜の着色層の表面に生成し、更に反応を進行させるとゲルが成長しゲル体となる。その後更にゲル体を加熱すると酸化皮膜の着色層の表面に $\text{SiO}_2$ の被覆層( $n\text{SiO}_2$ で、且つ、非晶質で結晶水を含む皮膜)が形成される。

【0011】

【作用】上記のように着色されたアルミニウム粉末は金属光沢を有し、酸性染料の種類を選択することで多くの

4

色調が簡単に得られ、又、工程管理が比較的容易であり、更に、 $\text{SiO}_2$ といった安定した物質により被覆されているため、耐溶剤性に優れているものである。その結果、塗料、インク等の着色材として安定したものが得られるものである。

【0012】

【実施例】

実施例 1

アルミニウム粉末(東洋アルミニウム株式会社製、P1100)をメタノールにて洗浄後、吸引濾過し、これをトリメタノールアミン0.02mol/lを含む沸騰水に2分間攪拌しながら浸漬する。これを吸引濾過した後、有限会社カナメ商会製ゴールド101染料5.0g/l水溶液に70 $^{\circ}\text{C}$ 、10分間攪拌浸漬し吸引濾過する。次にテトラエトキシシラン(関東化学株式会社製)50.7g、エタノール42.7g、水12.0g、塩酸0.1mlを混合、攪拌した溶液に5分間浸漬し、吸引濾過し70 $^{\circ}\text{C}$ 、1時間乾燥した。更に、250 $^{\circ}\text{C}$ にて5分間熱処理を行い金色を呈したアルミニウム粉体を得た。

【0013】実施例 2

実施例 1においてトリメタノールアミンに代えヘキサメチレンジアミン0.02mol/lを含む沸騰水に2分間攪拌しながら浸漬した他は実施例 1と同様に処理し金色を呈したアルミニウム粉体を得た。

【0014】実施例 3

実施例 1において染料を三井アリザリンRed S(三井東圧化学工業(株)製、C.I.58005)に代えた他は実施例 1と同様に処理し金属光沢を有する薄い赤色を呈したアルミニウム粉体を得た。

【0015】実施例 4

実施例 1において染料をアルミナールブルーB(花見化学(株)製)に代えた他は実施例 1と同様に処理し金属光沢を有する薄い青色を呈したアルミニウム粉体を得た。

【0016】

【発明の効果】実施例 1~4により得られた着色アルミニウム粉体を10重量%水酸化ナトリウム水溶液に浸漬したところ変化はなく溶液中に分散された。以上のように本発明の着色アルミニウム粉体は、多くの色調が簡単に得られ、又、工程管理が比較的容易であり、耐溶剤性に優れているものである。